PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number:

2001-020072

(43) Date of publication of application: 23.01.2001

(51)Int.CI.

C23C 16/26 B82B 3/00

CO1B 31/02

(21)Application number : 2000-178515

(71)Applicant: LEE CHEOL JIN

ILJIN NANOTECH CO LTD

(22) Date of filing:

14.06.2000

(72)Inventor: LEE CHEOL JIN

YOO JAE-EUN

(30)Priority

Priority number : 99 9922418

Priority date: 15.06.1999

Priority country: KR

00 0030353

02.06.2000

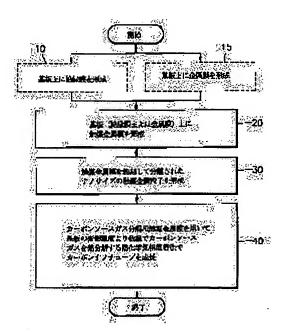
KR

(54) METHOD OF LOW TEMPERATURE SYNTHESIS OF CARBON NANOTUBE USING CATALYST METAL FILM FOR DECOMPOSITION OF CARBON SOURCE GAS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for the low temperature synthesis of carbon nanotubes using a catalyst metal film.

SOLUTION: After a catalyst metal film is formed on a substrate, the catalyst metal film is etched to form nanometer size catalyst metal particles separated from one another. Then a carbon nanotube is grown on each nanometer size catalyst metal particle separated from one another by a thermochemical vapor phase vapor deposition method to pyrolyze a carbon source gas at a temperature lower than the deformation temperature of the substrate by using the catalyst metal film for the decomposition of the carbon source gas. Thus, a



plurality of carbon nanotubes perpendicularly arranged on the substrate are formed.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

15.06.2000

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than

the examiner's decision of rejection or

application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3442033

[Date of registration]

20.06.2003

[Number of appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-20072 (P2001-20072A)

(43)公開日 平成13年1月23日(2001.1.23)

(51) Int.CL'	識別記号	FΙ	テーマコート*(参考)
C 2 3 C 16/26		C 2 3 C 16/26	
B 8 2 B 3/00		B 8 2 B 3/00	
C 0 1 B 31/02	101	C 0 1 B 31/02	101F

審査請求 有 請求項の数9 OL (全 8 頁)

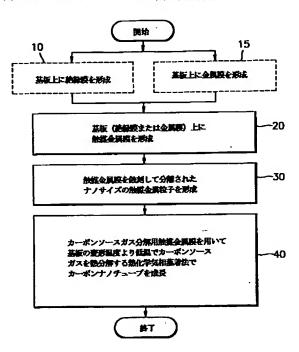
	F. 1. 4 . 1	香蕉 師:	来 有 - 間水項の数 9 OL (主 8 員)
(21)出願番号	特額2000-178515(P2000-178515)	(71)出願人	500273931 李 鉄真
(22)出願日	平成12年6月14日(2000.6.14)		大韓民国全騒北道群山市羅雲2 補現代3次 アパート304棟1004号
(31)優先権主張番号	1999P22418	(71)出顧人	500184372
(32)優先日	平成11年6月15日(1999.6.15)		株式会社日進ナノテック
(33)優先権主張国	韓国 (KR)		大韓民国ソウル特別市麻浦区株花洞50-1
(31)優先権主張番号	2000P30353		番地
(32) 優先日	平成12年6月2日(2000.6.2)	(72)発明者	李 鉄真
(33)優先権主張国	韓国 (KR)		大韓民国全羅北道群山市羅雲 2 補現代 3 次
			アパート304棟1004号
		(74)代理人	100093779
			弁理士 服部 雅紀
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 カーボンソースガス分解用触媒金属膜を用いたカーボンナノチューブの低温合成方法

(57)【要約】

【課題】 触媒金属膜を用いたカーボンナノチューブの 低温合成法を提供する。

【解決手段】 基板上に触媒金属膜を形成した後、触媒金属膜を触刻して分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する。次いで、カーボンソースガス分解用触媒金属膜を用いて基板の変形温度より低温でカーボンソースガスを熱分解する熱化学気相蒸着法で分離されたナノサイズの触媒金属粒子毎にカーボンナノチューブを成長させて基板上に垂直に整列された複数個のカーボンナノチューブを形成する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板上に触媒金属膜を形成する段階と、 前記触媒金属膜を触刻して分離されたナノサイズの触媒 金属粒子を形成する段階と、

カーボンソースガス分解用触媒金属膜を用いて前記基板 の変形温度より低温で前記カーボンソースガスを熱分解 する熱化学気相蒸着法で前記分離されたナノサイズの触 媒金属粒子毎にカーボンナノチューブを成長させて基板 上に垂直に整列された複数個のカーボンナノチューブを 形成する段階と、

を含むことを特徴とするカーボンナノチューブの合成方 法。

【請求項2】 前記触媒金属膜は、コバルト、ニッケ ル、鉄、またはこれらの合金からなることを特徴とする 請求項1記載のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項3】 前記分離されたナノサイズの触媒金属粒 子を形成する段階は、アンモニアガス、水素ガスおよび 水素化物ガスからなる群から選択された何れか1つのガ スのプラズマを使用するプラズマ触刻法により行われる ことを特徴とする請求項1記載のカーボンナノチューブ 20 の合成方法。

【請求項4】 前記プラズマ触刻は350℃から550 ℃で行われることを特徴とする請求項3記載のカーボン ナノチューブの合成方法。

【請求項5】 前記分離されたナノサイズの触媒金属粒 子を形成する段階は、弗化水素系の湿式蝕刻液を使用し た湿式触刻法で行われることを特徴とする請求項1記載 のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項6】 前記基板の変形温度より低い温度は40 0℃から650℃であることを特徴とする請求項1記載 30 のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項7】 前記カーボンナノチューブを形成する段 階は、

前記カーボンソースガス分解用触媒金属膜の形成された 基板を提供する段階と、

前記カーボンソースガス分解用触媒金属膜の形成された 基板と前記分離されたナノサイズの触媒金属粒子の形成 された基板とを熱化学気相蒸着装置にローディングし、 前記カーボンソースガス分解用触媒金属膜の表面と前記 分離されたナノサイズの触媒金属粒子の表面とが対面す 40 るように前記熱化学気相蒸着装置にローディングする段 階と、

前記熱化学気相蒸着装置内の温度を前記基板の変形温度 より低温に保ちながら前記カーボンソースガスを前記熱 化学気相蒸着装置内に注入して前記分離されたナノサイ ズの触媒金属粒子毎にカーボンナノチューブを成長させ て前記基板上に垂直に整列された複数個のカーボンナノ チューブを形成する段階とを含むことを特徴とする請求 項1記載のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項8】 前記触媒金属膜を形成する段階は、その 50 る。従って、直径調節が難しく、収率が低い。また大面

前に、前記基板上に前記基板と前記触媒金属膜との相互 反応を防止するための絶縁膜を形成する段階を含むこと を特徴とする請求項1記載のカーボンナノチューブの合 成方法。

【請求項9】 前記触媒金属膜を形成する段階は、その 前に、前記基板上に電極として作用できる導電膜を形成 する段階を含むことを特徴とする請求項1記載のカーボ ンナノチューブの合成方法。

【発明の詳細な説明】

10 [0001]

> 【発明の属する技術分野】本発明はカーボンナノチュー ブの合成方法に関わり、特に大面積基板の変形温度 (st rain temperature) 以下の低温で垂直に整列された高純 度カーボンナノチューブを大量合成する方法に関する。 [0002]

【従来の技術】安楽椅子 (arm-chair) 構造の時は導電 性を、ジグザグ (zig-zag) 構造の時は半導体性を、各 々示すカーボンナノチューブは、FED (field emissi on devices) のようなディスプレー素子、白色光源、リ チウム2次電池、水素貯蔵セル、トランジスタまたはCR T (cathode-ray tube) の電子放出源等に産業的に広く 適用されている。カーボンナノチューブをFEDのよう なディスプレー素子に適用するためにはカーボンナノチ ューブの合成時、ディスプレー素子の基板が変形(stra in) されてはいけない。そして、高純度のカーボンナノ チューブを大面積基板上に垂直に整列して合成される必 要がある。また、カーボンナノチューブの合成時、カー ボンナノチューブの直径、長さ、基板上の密度および均 一度などを容易に調節できる必要がある。

【0003】今まで知らされたカーボンナノチューブの 合成方法としては、電気放電法、レーザー蒸着法、気相 合成法、熱化学気相蒸着法などがある。

【0004】電気放電法 (C.Journet et al., Nature 3 88,756 (1997) およびB.Bethune et al., Nat ure 363,605 (1993)) やレーザー蒸着法 (R.E.Smally et al., Science 273, 483 (199 6)) によりカーボンナノチューブを合成すれば、カー ボンナノチューブの直径や長さを調節しにくく、収率が 低い。またカーボンナノチューブ以外にも多量の非晶質 状態の炭素塊りが同時に生成されるために必ず複雑な精 製過程を要する。従って、大面積において大量のカーボ ンナノチューブを成長させることは不可能である。

【0005】一方、今まで知らされた熱化学気相蒸着法 によれば、多孔質のシリカ (W.Z.Liet al., Science, 2 74,1701(1996)) またはゼオライト (Shino haraet al., Jpn. J. Appl. Phys. 37, 1257 (199 8))基板上でカーボンナノチューブを成長させる。こ の方法によれば、基板の多孔質穴内に触媒金属を充填さ せるための基板処理過程が非常に複雑で長時間がかか

積基板に多量のカーボンナノチューブを成長させるのに限界があり、700℃以上の高温で合成を行う。従って、変形温度が650℃以下と知られている各種ディスプレー素子の基板として広く用いられるガラス基板、例えば高強度ガラス(650℃以下)、一般のガラス(570℃以下)またはソーダ石灰(soda lime)ガラス(550℃以下)上にカーボンナノチューブを形成するのは不可能である。ディスプレー素子を製造するにおいてガラス基板が使用できなければ技術的にも、経済的にも非常に不利である。従って、ガラス基板を使用するたりのにはカーボンナノチューブの合成温度がガラスの変形温度以下となることが要求される。また、今まで開発された大部分の素子では電気配線の大部分がアルミニウムから形成されており、アルミニウムはその溶融点が700℃以下である。

【0006】従って、カーボンナノチューブの合成温度が700℃以上の従来の熱化学気相蒸着法によるカーボンナノチューブの合成方法は各種ディスプレー素子の製造工程に適用しにくい。

[0007]

【発明が解決しようとする課題】本発明が解決しようとする技術的課題は、基板の変形温度以下の低温で大面積基板に垂直に整列された高純度カーボンナノチューブを大量合成する方法を提供することである。

[8000]

【課題を解決するための手段】本発明の請求項1記載のカーボンナノチューブの合成方法によれば、基板上に触媒金属膜を形成した後、触媒金属膜を触刻して分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する。引続き、カーボンソースガス分解用触媒金属膜を用いて基板の変形温 30度より低温にカーボンソースガスを熱分解する熱化学気相蒸着法で分離されたナノサイズの触媒金属粒子毎にカーボンナノチューブを成長させる。

【0009】本発明の請求項3および5記載のカーボンナノチューブの合成方法によれば、分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階は、アンモニアガス、水素ガスおよび水素化物ガスからなる群から選択された何れか1つの触刻ガスのプラズマを使用するプラズマ触刻法または弗化水素系列の湿式触刻液を使用する湿式触刻法により行われる。

【0010】本発明の請求項4記載のカーボンナノチューブの合成方法によれば、プラズマ触刻の温度は350 ℃から550℃であることが望ましい。

表面が対面するように熱化学気相蒸着装置にローディングし、熱化学気相蒸着装置内の温度を基板の変形温度より低温に保ちながらカーボンソースガスを熱化学気相蒸着装置内に注入して分離されたナノサイズの触媒金属粒子毎にカーボンナノチューブを成長させて基板上に垂直に整列された複数個のカーボンナノチューブを形成する段階より構成される。

[0012]

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施例を図面に基 づいて説明する。しかし、本発明は下記実施例に限定さ れるわけではなく、相異なる多様な形態に表現される。 【0013】図1に示すように、本発明の第1実施例に よるカーボンナノチューブの合成方法は、基板上に触媒 金属膜を形成する段階20と、触媒金属膜を触刻して分 離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階30 と、カーボンナノチューブを形成する段階40と、で構 成されている。図面において、実線で表した段階は必須 的な段階を、点線で表した段階は選択的な段階を示す。 【0014】図1および図2Aに示すように、基板上に 触媒金属膜を形成する段階20は、カーボンナノチュー 20 ブが形成される基板110上に触媒金属膜130を形成 する工程である。基板110の素材としてはガラス、石 英、シリコンまたはアルミナ (A1203) 基板などが 使われる。触媒金属膜130はコバルト、ニッケル、 鉄、またはこれらの合金 (Co-Ni、Co-Fe、またはNi-F e)を使用して形成される。触媒金属膜130は熱蒸着 法や電子線蒸着法またはスパッタリング法を使用して基 板110上に数nmから数百nmの厚さに、望ましくは2nm から100mの厚さに形成される。基板110の素材と してシリコンを使用して触媒金属膜130をコバルト、 ニッケルまたはこれらの合金を使用して形成する場合に は、基板110と触媒金属膜130が相互反応してシリ サイド膜が形成されることを防止するために触媒金属膜 130の形成前に基板110上に絶縁膜120を形成す る(絶縁膜を形成する段階10)。絶縁膜120は、シ リコン酸化膜またはアルミナなどで形成される。 【0015】図2Bに示すように、カーボンナノチュー

ブをFEDまたは白色光源等に適用しようとする場合に

「は基板110上に金属膜125を形成した後、触媒金属

「とが望ましい(金属膜を形成する
段階15)。金属膜125は、クロム、チタン、窒化チタン、タングステンまたはアルミニウムなどで形成される。金属膜125はFEDまたは白色光源のような素子に必要な電極として使われる。また、図2Cに示すように、他の基板210上にカーボンソースガス分解用触媒金属膜230を形成する。カーボンソースガス分解用触媒金属膜230は20口ムまたはパラジウムなどで形成されることが望ましい。カーボンソースガス分解用触媒金属膜230は100mmから200mmの厚さに形成される

【0016】次に、触媒金属膜130を触刻して分離さ れたナノサイズの触媒金属粒子130Pを形成する(触 媒金属膜を蝕刻して分離されたナノサイズの触媒金属粒 子を形成する段階30)。触媒金属粒子はプラズマ触刻 または湿式蝕刻により低温で形成する。プラズマ蝕刻法 は図3に示されている。触媒金属膜130の全面にプラ ズマ300を処理すれば、触媒金属膜130のグレーン 粒界 (grain boundary) に沿って触刻が進行されて相互 独立して分離されたナノサイズの触媒金属粒子130P が基板上に均一に高密度に形成される。本明細書におい 10 てナノサイズとは数mから数百mの大きさを意味する。 蝕刻条件に応じて分離されたナノサイズの触媒金属粒子 130 Pの大きさおよび形態が変わる。 触媒金属粒子の 形態によって後続工程で形成されるカーボンナノチュー ブの形態も影響を受ける。

【0017】プラズマ触刻は独立してプラズマ触刻装置 で行う方法と、プラズマ装置が熱化学気相蒸着装置(後 続のカーボンナノチューブ工程時に使われる装置)と一 体に連結された装置で行う方法がある。一体型装置の例 としては、プラズマ触刻装置と熱化学気相蒸着装置が1 20 つのクラスターに連結されたマルチチャンバ装置または 熱化学気相蒸着装置に連結されたリモートプラズマ装置 を挙げられる。基板の移動にかかる時間および待機中の 汚染源に露出されることを防止するためにはプラズマ装 置と熱化学気相蒸着装置との一体型装置を使用すること が望ましい。

【0018】独立したプラズマ装置で触刻する場合には 周波数13.6Mlz、ガスの圧力0.1Torrから10Torr および電力50Wから200Wの工程条件でアンモニア Osccmにフローさせて形成したプラズマを用いて基板の 変形温度以下、即ち、650℃以下に、望ましくは35 0℃から550℃の温度に5分間から20分間触刻して 分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する。

【0019】図5に示すように、一体型装置の場合には 13.6 MHzの周波数を使用するリモートプラズマ装置に アンモニアガス、水素ガスまたは水素化物ガスを30sc cmから150sccmにフローさせながら形成したプラズマ を化学気相蒸着装置内に供給して基板の変形温度以下で 分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する。プラ 40 ズマとしてはアンモニアガスから形成されたプラズマが 最も望ましい。プラズマ蝕刻を使用する場合、低温で蝕 刻工程を実施しても所望の形態に分離されたナノサイズ の触媒金属粒子を形成でき、反応調節が容易である。

【0020】湿式蝕刻法は触媒金属膜の形成された基板 を湿式蝕刻液、例えば弗化水素 (HF)溶液、HFとNH4F の混合水溶液の弗化水素系の湿式蝕刻液に1分間から5 分間浸けて分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成 する。湿式触刻法を使用する場合にも低温で実施しう 3.

【0021】最後に、カーボンソースガス分解用触媒金 属膜230を用いて基板110の変形温度より低温でカ ーボンソースガスを熱分解する熱化学気相蒸着法でカー ポンナノチューブを成長させる (カーボンナノチューブ を形成する段階40)。

【0022】図4に示すように、分離されたナノサイズ の触媒金属粒子130Pの形成されているカーボンナノ チューブが形成される基板110を熱化学気相蒸着装置 のボート410のスリットに1つ置きに1つずつ配置す る。そして、カーボンソースガス分解用触媒金属膜23 0の形成されている基板210をボート410の空スリ ットに立ててカーボンソースガス分解用触媒金属膜23 0と分離されたナノサイズの触媒金属粒子130Pとを 相互対面させる。図5に示すように、基板110、21 0を全て乗せた後、ボート410を熱化学気相蒸着装置 の反応炉400内にローディングする。ローディング時 分離されたナノサイズの触媒金属粒子130Pの表面を カーボンソースガスの注入方向415と逆方向に、かつ 下向させ、カーボンソースガス分解用触媒金属膜230 の表面をガスの注入方向415と対面させる。カーボン ソースガスの注入方向415と触媒金属粒子130Pの 表面を逆方向にするのは基板110上でカーボンソース ガスの流量の流れ (mass flow) を均一にし、反応の均 一度を高めるためである。 触媒金属粒子130 Pの表面 を下向させるのは不安定の反応物や反応炉400の内壁 に付着された炭素パーチクルが落ちて欠陥を発生させる ことを防止するためである。

【0023】反応炉400内の温度が工程温度に至ると 第1弁500を開放してカーボンソースガス供給源51 ガス、水素ガスまたは水素化物ガスを30sccmから15 30 0からガス供給管420を通してカーボンソースガスを 反応炉400内に供給する。カーボンソースガスは20 sccmから80sccmの流量に10分間から40分間供給す る。カーボンソースガスとしてはC1~C3の炭化水素 (hydro carbon) ガスが使われる。望ましくは、アセチ レン、エチレン、プロピレン、プロパンまたはメタンガ スなどが使われる。

> 【0024】カーボンナノチューブの成長速度および時 間を調節するためには第2弁550を開放してキャリア ガスおよび希釈ガス供給源560からキャリアガス(水 素またはアルゴン等の非活性ガス) および希釈ガス (水 素化物ガス) 等をカーボンソースガスと同時に供給する こともできる。また、カーボンソースガスと共に適切な 割合に触刻ガス(例、アンモニアガス、水素ガスまたは 水素化物ガス、図示せず)を同時に供給して基板上に合 成されるカーボンナノチューブ間の結合を防止すること もできる。カーボンソースガスと蝕刻ガスの体積比は 2:1から3:1であることが望ましい。熱化学気相蒸 着装置の反応炉400内に供給されたカーボンソースガ スはカーボンソースガス分解用触媒金属膜230と先に 50 接触され、カーボンソースガス分解用触媒金属膜230

を構成する触媒金属物質の触媒作用によってカーボンソ ースガスがカーボンナノチューブの形成される基板11 0の変形温度以下、例えばガラスの変形温度以下の40 0℃から650℃でも容易に熱分解される。

【0025】図6に示すように、触媒金属物質の触媒作 用によって熱分解されたカーボンソースガス600はナ ノサイズの触媒金属粒子130Pのそれぞれからカーボ ンナノチューブ150を成長させる。

【0026】図7Bおよび図7Cは基底成長モデル(ba se growth model)の概略図であって、これに基づいて 成長メカニズムを説明すれば、まず図7Aに示すように 熱化学気相蒸着装置の反応炉400内に供給されたカー ボンソースガス (例、アセチレンガス (C2H2)) が気相 で熱分解 (pyrolysis) されて炭素ユニット (C=Cまたは C) を形成すれば、炭素ユニットが触媒金属粒子130 Pの表面に吸着された後、内部に拡散されて溶解され る。次いで、図7Bに示すように、触媒金属粒子130 Pが炭素ユニットで過飽和状態となるとカーボンナノチ ューブ150が成長し始める。炭素ユニットを供給し続 けると、図7Cに示すように触媒金属粒子130Pの触 20 媒作用によりカーボンナノチューブ150が竹状に成長 する。触媒金属粒子130Pの形態が丸いか、鈍端の場 合にはカーボンナノチューブ150の末端も円形 (roun d) や鈍端 (blunt) の形に形成される。一方、ナノサイ ズの触媒金属粒子130Pの末端が尖った場合にはカー ボンナノチューブの末端も尖らす。

【0027】本実施例では熱化学気相蒸着装置として水 平型装置を例としたが、垂直型装置、インーライン型装 置またはコンベヤ型装置も使用できる。本実施例の合成 O Onnであり、長さが数µmから数百µm、例えばO.5 μπから300μπのカーボンナノチューブを合成しう る。

【0028】本発明は下記の実験例に基づいてさらに詳 しく説明されるが、この実験例が本発明の範囲を制限す ることはない。

(実験例1)

【0029】2cm×3cmのガラス基板上に各々熱蒸着法 でニッケル膜を100nmの厚さに形成した。ニッケル膜 が蒸着されたガラス基板をプラズマ蝕刻装置にローディ 40 ングした後、周波数13.6 MHz、ガスの圧力0.2 Torr および電力40から200Wの工程条件でアンモニアガ スを60sccmにフローさせて形成したプラズマを用いて 500℃の温度に分離したナノサイズの触媒金属(ニッ ケル) 粒子を形成した。一方、同一な大きさの他のガラ ス基板上に各々熱蒸着法でクロム膜を200mmの厚さに 形成した。

【0030】分離されたニッケル粒子が形成されている カーボンナノチューブの形成される基板を熱化学気相蒸 着装置のボートのスリットに1つ置きに1つずつ位置さ 50

せ、クロム膜の形成された基板をボートの空スリットに 立ててニッケル粒子の表面とクロム膜の表面とを相互対 面するように位置させた。

【0031】ボートを熱化学気相蒸着装置内にローディ ングした後、反応炉の圧力を760Torrに保って温度を 550℃に昇温した後、アセチレンガスを40sccmに1 0分間フローさせてニッケル粒子の各々からカーボンナ ノチューブを形成させた。SEM (scanning electron microscopy)で観察した結果、カーボンナノチューブが 基板上に垂直に均一に成長したことが分かった。そして TEM (transmissionelectron microscopy) で観察し た結果、直径60nm、長さ10μmのカーボンナノチュ ーブが形成されたことが分かった。

[0032]

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、カ ーボンソースガス分解用触媒金属膜の作用によりカーボ ンナノチューブの合成工程温度を低められる。従って、 各種ディスプレー素子の基板、例えばガラス基板の変形 温度以下でカーボンナノチューブの合成工程を進行しう る。従って、本発明に係るカーボンナノチューブの合成 方法はFEDを始め、各種ディスプレー素子の製造に効 率よく適用しうる。

【0033】また、基板上に形成された触媒金属膜の全 面に亙って触刻工程を実施して分離されたナノサイズの 触媒金属粒子を基板全面に亙って均一な大きさに高密度 に形成する。即ち、カーボンナノチューブの成長に適し た触媒金属粒子が周辺の他の粒子と塊り(agglomeratio n)にならなく分離されて独立して形成されるために炭 素ナノチューブの形成時、非晶質状態の炭素塊りが形成 方法によれば直径が数nmから数百nm、例えば 1 nmから4 30 されない。従って、高純度のカーボンナノチューブが形 成でき、カーボンナノチューブを基板に垂直に整列させ うる。また、基板の面積が広がっても基板の位置に関係 なく均一にカーボンナノチューブを高密度に形成しう

> 【0034】その上、分離されたナノサイズの触媒金属 粒子を形成するためのプラズマ蝕刻時、蝕刻条件、例え ばプラズマ密度、触刻温度および触刻時間などを変化さ せることによって触媒金属粒子の大きさが調節できるた めに容易にカーボンナノチューブの直径を調節しうる。 そして、カーボンソースガスの供給条件、例えばガス流

量、反応温度および反応時間を変更させることによっ て、カーボンナノチューブの長さも調節しやすい。 【0035】そして、熱化学気相蒸着装置を使用するた めに多数の基板上に同時に合成工程を進行する一括式 (batch type) 合成が可能である。従って、合成収率を

高められる。 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブ の合成方法の流れ図である。

【図2】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブ

の合成方法における基板の断面図で、(A)および

- (B) はカーボンナノチューブの形成時、触媒として作用する触媒金属膜の形成された基板の断面図であり、
- (C) はカーボンソースガス分解用触媒金属膜の形成された基板の断面図である。

【図3】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブ の合成方法における基板上に分離されたナノサイズの触 媒金属粒子を形成する段階を示す断面図である。

【図4】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブの合成方法に用いられる熱化学気相蒸着装置のボートと 10 そのスリットに立てられたカーボンソースガス分解用触媒金属膜基板とカーボンナノチューブが形成される基板を示す断面図である。

【図5】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブ の合成方法に用いられる熱化学気相蒸着装置の概略図で ある。

【図6】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブ の合成方法において、分離されたナノサイズの触媒金属 粒子からカーボンナノチューブが形成される段階を示す 断面図である。

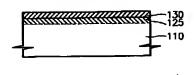
【図7】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブ の合成方法において、分離された触媒金属粒子からカー ボンナノチューブが形成されるメカニズムを示す模式図 である。

【図2】

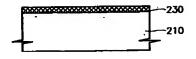
(A)



(B)



(C)



【符号の説明】

- 10 絶縁膜を形成する段階
- 15 金属膜を形成する段階
- 20 基板上に触媒金属膜を形成する段階
- 30 ナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階

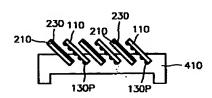
10

- 40 カーボンナノチューブを形成する段階
- 110 基板
- 120 絶縁膜
- 125 金属膜
- 10 130 触媒金属膜
 - 130P 触媒金属粒子
 - 150 カーボンナノチューブ
 - 210 基板
 - 230 カーボンソースガス分解用触媒金属膜
 - 300 プラズマ
 - 400 反応炉
 - 410 ポート
 - 415 注入方向
 - 420 ガス供給管
- 20 500 第1弁
 - 510 カーボンソースガス供給源
 - 550 第2弁
 - 560 希釈ガス供給源
 - 600 カーボンソースガス

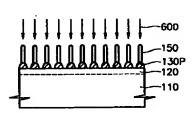
【図3】

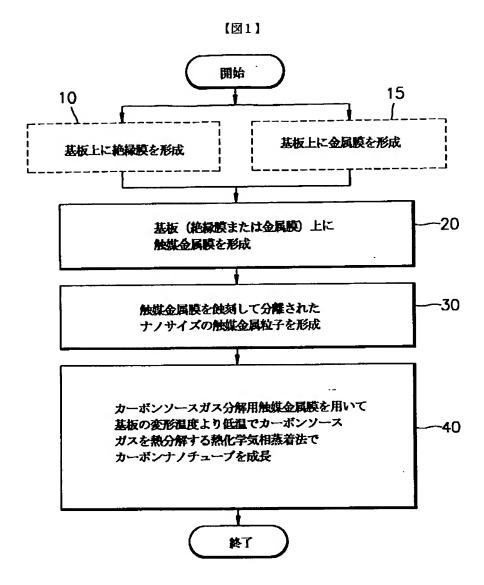


【図4】

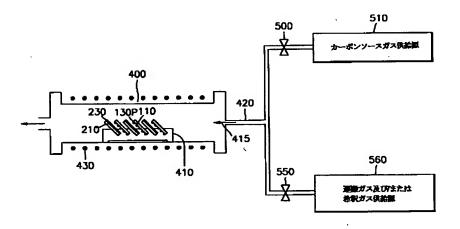


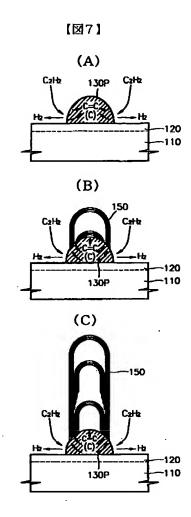
【図6】





【図5】





フロントページの続き

(72)発明者 柳 在銀

大韓民国ソウル特別市城北区貞陵1洞1015番地慶南アパート106棟1001号